



②特願昭 46-39816 ①特開昭 48- 5767

④3 公開昭48.(1973) 1.24 (全 3 頁)

審査請求 無

特 許 願 (2)

昭和 46 年 6 月 8 日

特許庁長官殿

1. 発明の名称

2,6-ジメチルナフタレンの精製法

2. 発明者

イワタニシカガマナ
山口県岩国市堀町1丁目4の5
代表者 大 黒 啓 三

3. 特許出願人

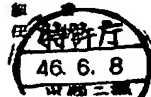
大阪市北区柳田1番地
(300) 市 人 株 式 会 社
代表者 大 黒 啓 三

4. 代 理 人

東京都千代田区内幸町2丁目1番1号
(飯 野 ビ ル)
市 人 株 式 会 社
(5572) 市 人 株 式 会 社
代表者 (500) 4 4 8 1 飯 野 啓 三

5. 添附書類の目録

(1) 明 細 書 1 冊
(2) 発 明 特 許 願 1 冊



明 細 書

1. 発明の名称

2,6-ジメチルナフタレンの精製法

2. 特許請求の範囲

2,6-ジメチルナフタレンを含む混合ナフタレン類を炭素数9以下の芳香族炭化水素により処理することを特徴とする2,6-ジメチルナフタレンの精製法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は2,6-ジメチルナフタレンの精製方法に関する。更に詳しくは、ジメチルナフタレン混合物より2,6-ジメチルナフタレンを分離精製する方法に関する。

従来、2,6-ジメチルナフタレンを酸化して得られるナフタレン-2,6-ジカルボン酸は、それとエチレングリコールとより得られるポリエステルが優れた性質を有するので、これを得る方法は重要である。

2,6-ジメチルナフタレンを得る方法として

庁内整理番号

7169 44

⑤日本分類

16 D411

①9 日本国特許庁

公開特許公報

は、従来は石油から採取する方法が行なわれているが、採取物中には結晶性の2,6-ジメチルナフタレン及び2,7-ジメチルナフタレンが混入して同量含まれているために高純度の2,6-ジメチルナフタレンを分離することは困難であつた。そのため、たとえばジメチルナフタレン類を水蒸してその水蒸気凝縮物を冷却分離し脱水蒸して2,6-ジメチルナフタレンを得る方法がある。しかし、この方法によつても、純度の高い目的物を収量よく得ることができない。

本発明者は、高純度の2,6-ジメチルナフタレンを得る方法において、精製媒体として炭素数9以下の芳香族炭化水素を用いて混合ナフタレンを処理すれば効率よく目的を達することができるとを見出し本発明方法に到達した。

即ち、本発明は2,6-ジメチルナフタレンを含む混合ナフタレン類を、炭素数9以下の芳香族炭化水素により処理することを特徴とする2,6-ジメチルナフタレンの精製方法である。

本発明方法で処理される混合ナフタレン類は、

例えば、15-ジメチルナフタレン及び/又は16-ジメチルナフタレンを主なナフタレン成分とするナフタレン類を異性化することによつて得られる。

異性化反応の原料となるナフタレン類は、15-ジメチルナフタレン及び/又は16-ジメチルナフタレンが50モル%以上で、しかも15-ジメチルナフタレン、16-ジメチルナフタレン、26-ジメチルナフタレン以外のジメチルナフタレン含有量が10モル%以下であり、モノメチルナフタレン、ポリメチルナフタレン含有量が20モル%以下であるようなナフタレン混合物が好ましい。この異性化反応の原料は、モノメチルナフタレン及びポリメチルナフタレンが多すぎると、異性化反応生成物中に27-ジメチルナフタレンが多く含まれてくるので好ましくない。したがつてモノメチルナフタレン及びポリメチルナフタレンの含量を少なくするため異性化反応前又は反応後に蒸留によつてこれをできるだけ除いておく方がよい。

- 5 -

ン、メンチレン、タメン等である。これらは単独で用いてもよく、混合して用いてもよい。特に好ましいのは0-キシレンである。

本発明方法の混合ナフタレン類の処理は、(1)混合ナフタレン類を前記芳香族炭化水素に部分的に又は全部溶解させ、次いで冷却し析出する26-ジメチルナフタレンを分離する方法、(2)混合ナフタレン類(26-ジメチルナフタレン以外のナフタレン類を溶解除去する方法によつて行われる。これら(1)(2)の方法は組合わせて行なつてもよい。再結晶法の加熱温度は、該混合ナフタレン類の一部又は全部が溶解する温度であればよく、特に制限はないが再結晶後の冷却分離や洗浄処理は5℃以下、好ましくは25-0℃で行うことが好ましい。処理は、上記温度範囲内であれば一定温度下で処理を行なつてもよく、又温度勾配を持たせて行なつてもよいが一様には一定温度下で行なう方が好ましい。

(1)の再結晶法、(2)の洗浄法において結晶を分離するに代つては、固液分離の任意の方法が

- 5 -

本発明方法により処理される混合ナフタレン類は、26-ジメチルナフタレンを50-98モル%含有他のナフタレン類として、16-ジメチルナフタレン1-65モル%、15-ジメチルナフタレン1-25モル%、27-ジメチルナフタレン0-5モル%、その他のポリメチルナフタレン及び/又はモノアルキルナフタレン0-20モル%を含んでいるものが好ましい。特に27-ジメチルナフタレンの含量が5モル%以下であるのが好ましい。27-ジメチルナフタレンは、本発明で目的とする26-ジメチルナフタレンと本発明で用いられる精製媒体に対する溶解度が近似しているため原料中に多量含有されていると、得られた26-ジメチルナフタレン中に不純物として残存するからである。

本発明方法において、混合ナフタレン類を処理するのに用いる芳香族炭化水素は、炭素数が9以下のものであり、具体的には例えばベンゼン、トルエン、0-キシレン、m-キシレン、p-キシレン、エチルベンゼン、ブソイドメ

- 4 -

用いられ、例えば蒸留、減圧蒸留、加圧蒸留のいずれの方法でも採用し得る。

芳香族炭化水素の使用量は、処理される混合ナフタレン類に対して、0.1-10重量倍、好ましくは0.5-2.5重量倍である。前記使用量の範囲において芳香族炭化水素は分割して用いてもよい。

本発明方法による処理は固分式で行つてもよく、連続式で行つてもよい。

本発明方法による処理は、組成が

26-ジメチルナフタレン
70モル%以上
16-ジメチルナフタレン
20モル%以下
15-ジメチルナフタレン
10モル%以下
27-ジメチルナフタレン
1モル%以下

その他のポリメチルナフタレン及び/又はモノアルキルナフタレン 5モル%以下

- 6 -

であるような混合ナフタレン類に適用すると、2,6-ジメチルナフタレンの精集率もよく、純度の高いものがられ効果が大きい。

以上述べたように本発明方法によれば、1,5-ジメチルナフタレン及び/又は1,6-ジメチルナフタレンの異性化反応により得られた反応物中より効率よく目的物である2,6-ジメチルナフタレンを分離することができる。以下に実施例をあげて本発明について詳述する。実施例中の「部」は「重量部」、「多」は「重量多」である。

実施例 1~4

2,6-ジメチルナフタレン	43部
1,6-ジメチルナフタレン	44部
1,5-ジメチルナフタレン	5部
2,7-ジメチルナフタレン	2部
1,8-ジメチルナフタレン	2部
メチルナフタレン	2部
トリメチルナフタレン	2部

より成る混合ナフタレン類100部に下記の各

- 7 -

結晶をガスクロマトグラフにより分析し、結果を第2表に示した。

実施例	0-キシレンの量	得られた結晶(部)	純度(2,6-ジメチルナフタレンの多)
5	0.8重量倍	75	94.8
6	1.0重量倍	72	98.5
7	2.0重量倍	67	98.1

実施例 8~9

2,6-ジメチルナフタレン	77部
1,6-ジメチルナフタレン	16部
1,5-ジメチルナフタレン	7部

から成る結晶100部に、0-キシレン100部を添加混合し、第3表に示した温度で結晶を加圧圧別した。得られた結晶をガスクロマトグラフで分析し、その結果を第3表に示した。

実施例	圧別温度	得られた結晶(部)	純度(2,6-ジメチルナフタレンの多)
8	-2	72	98.5
9	15	65	98.5

特開 昭48-5767 (3)

量の芳香族炭化水素溶剤100部を加えて60℃で混合溶解後、約50分を要して10℃まで冷却し、析出して来る結晶を冷加圧圧別した。得られた結晶をガスクロマトグラフにより分析した。その結果を第1表に示した。

第 1 表

実施例	溶 剤	得られた結晶(部)	純度(2,6-ジメチルナフタレンの多)
1	0-キシレン	514	98.5
2	トルエン	516	98.0
3	ベンゼン	509	98.0
4	ブソイドナメン	535	98.2

実施例 5~7

2,6-ジメチルナフタレン	81部
1,6-ジメチルナフタレン	11部
1,5-ジメチルナフタレン	6部
メチルナフタレン	1部
トリメチルナフタレン	1部

から成る結晶100部に、0-キシレンを第2表に示した量添加し、10℃において混合溶解後、結晶を遠心分離により分離した。得られた

- 8 -

4. 前記以外の発明者

174ニシオブマ 山口県岩国市尾津町1丁目2804	オカ 剛	イサ 昭
山口県岩国市尾津町1丁目2807	クリス 豊樹	レズカ 宣
山口県岩国市尾津町1丁目2801	カワサキアキオ 川崎 彰 雄	
山口県岩国市山手町5丁目1040	シマ 武男	タケオ 男